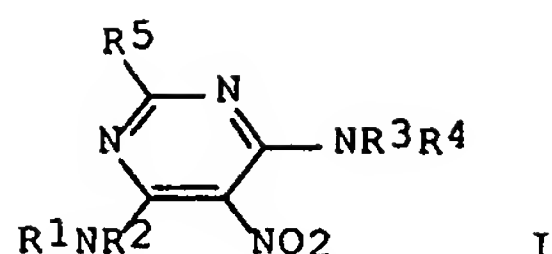


GI



AB The title compds. I (R1 = C1-6 alkyl, C2-5 alkenyl, cycloalkyl, alkoxyalkyl, hydroxyalkyl, or cyanoalkyl; R2 and R3 = H or C1-4 alkyl; R4 = lower alkyl or cycloalkyl; R5 = H, lower alkoxy, alkyl, haloalkyl, alkylamino, dialkylamino, or halogen) are herbicides and plant-growth regulators. Thus 4 kg I (R1 = R4 = Et; R2 = R3 = H; R5 = iso-Pr) [53038-76-9]/ha controlled *Cyperus esculentus* without damaging alfalfa. Several syntheses are described.

ACCESSION NUMBER: 1976:429570 CAPLUS Full-text  
 DOCUMENT NUMBER: 85:29570  
 TITLE: 5-Nitropyrimidines for inhibiting plant growth  
 PATENT ASSIGNEE(S): Ciba-Geigy A.-G., Switz.  
 SOURCE: Austrian, 20 pp.  
 CODEN: AUXXAK  
 DOCUMENT TYPE: Patent  
 LANGUAGE: German  
 FAMILY ACC. NUM. COUNT: 1  
 PATENT INFORMATION:

PATENT NO. -----	KIND ----	DATE -----	APPLICATION NO. -----	DATE -----
AT 327605	B	19760210	AT 1974-3729	19740506



ÖSTERREICHISCHES  
PATENTAMT

⑤② Klasse: 45 G, 003  
⑤① Int.Cl.<sup>2</sup>: A 01 N 005/00

①⑨ OE PATENTSCHRIFT

①① Nr. 327 605

⑦③ Patentinhaber: CIBA-GEIGY AG IN BASEL (SCHWEIZ)

⑤④ Gegenstand: MITTEL ZUR HEMMUNG DES PFLANZENWACHSTUMS

⑥① Zusatz zu Patent Nr.

⑥② Ausscheidung aus:

②②① Angemeldet am: 1974 05 06, 3729/74

②③ Ausstellungspriorität:

③③③②③① Unionspriorität:

④② Beginn der Patentdauer: 1975 04 15

Längste mögliche Dauer:

④⑤ Ausgegeben am: 1976 02 10

⑦② Erfinder:

⑥⑥ Abhängigkeit:

⑤⑥ Druckschriften, die zur Abgrenzung vom Stand der Technik in Betracht gezogen wurden:  
DT-OS2223644, FR-PS1572620, NL-AS6814057

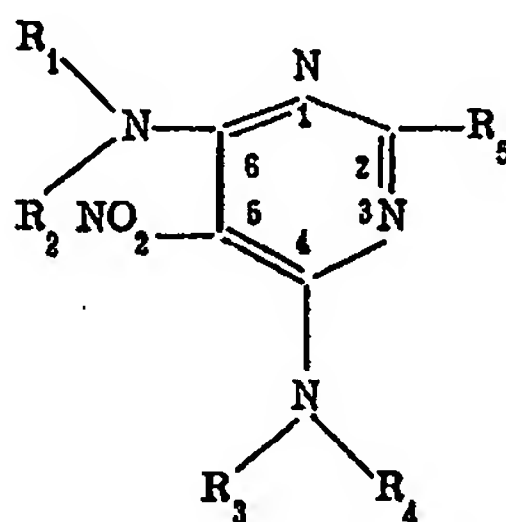
OE 327 605

Die Erfindung betrifft das Pflanzenwachstum hemmende, insbesondere herbizide Mittel, die Pyrimidin-Derivate als Wirkstoffe enthalten.

Bestimmte 2,4-Bis-(subst.amino)-pyrimidine werden in der franz. Patentschrift Nr. 1.572.620 als Fungizide und Insektizide beschrieben. In der niederländischen Auslegeschrift 68.14057 werden substituierte 5 Pyrimidine genannt, die fungizide Wirkung vor allem gegen phytopathogene Pilze an Obst- und Gemüsepflanzen aufweisen. Schließlich sind in der deutschen Offenlegungsschrift 2 223 644 herbizide und das Pflanzenwachstum beeinflussende 2-Alkylthio-5-nitro-4,6-bis-amino-pyrimidine beschrieben worden.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß die 5-Nitropyrimidine der Formel (I) sowie ihre Additionssalze den Pflanzenstoffwechsel im hemmenden Sinne zu beeinflussen vermögen, ohne aufgelaufene 10 Pflanzen nennenswert im Sinne eines Nachauflauf-Herbizids zu schädigen, und den Wirkstoffen der deutschen Offenlegungsschrift 2 223 644 in mancher Hinsicht überlegen sind.

Die Wirkstoffe der erfindungsgemäßen Mittel haben die Formel:



(I)

In dieser Formel bedeuten:

- 15  $R_1$  einen Alkylrest mit 1 bis 6 C-Atomen, einen Alkenylrest mit höchstens 5 C-Atomen, einen Cycloalkyl-, einen niederen Alkoxyalkyl-, Hydroxyalkyl- oder Cyanoalkylrest,  
 $R_2$  und  $R_3$  unabhängig voneinander je Wasserstoff oder einen Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen,  
 $R_4$  einen niederen Alkyl- oder Cycloalkylrest und  
 $R_5$  Wasserstoff oder einen niederen Alkoxy-, Alkyl-, Halogenalkyl-, Alkylamino- oder Dialkyl-  
 20 aminorest oder ein Halogenatom.

Unter niederen Alkylresten sind in Formel (I) geradkettige oder verzweigte Reste mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen zu verstehen, wie z.B. Methyl-, Äthyl-, n-Propyl, Isopropyl, n-Butyl, Isobutyl, sek. Butyl, tert. Butyl, n-Pentyl, n-Hexyl, und die Isomeren der  $C_5$ - und  $C_6$ -Alkylreste. Die niederen geradkettigen oder verzweigten Alkylreste mit 1 bzw. 2 bis 6 Kohlenstoffatomen bilden auch den Alkylteil von Alkoxy-, 25 Halogenalkyl-, Hydroxyalkyl-, Cyanoalkyl- und Alkylamino-Substituenten.

Unter Alkenylresten werden in der Formel (I) geradkettige oder verzweigte Reste mit 3 bis 6 Kohlenstoffatomen verstanden, z.B. Propenyl-, Butenyl-, Pentenylreste; bevorzugt sind der Allyl-, Methallyl-, 3-Methyl-butenyl- oder n-Butenylrest. Als Cycloalkylreste mit 3 bis 6 Ringkohlenstoffatomen sind z.B. Cyclopropyl, Cyclobutyl, Cyclopentyl, Cyclohexyl zu nennen. Diese Ringe können durch Methyl oder Äthyl 30 substituiert sein.

Als Halogenalkylrest ist Trifluormethyl und Trichlormethyl bevorzugt. Unter Halogen ist Fluor, Chlor, Brom und Jod zu verstehen.

Unter Additionssalzen sind die Salze mit anorganischen und organischen starken Säuren gemeint, vorzugsweise Chlorwasserstoffsäure, Bromwasserstoffsäure, Phosphorsäure, Schwefelsäure, Salpetersäure, 35 Fluorborsäure ( $HF_4$ ), Perchlorsäure, Methyl- oder Äthylschwefelsäure, Halogenbenzoesäuren, Trichlor-essigsäure und aromatische Sulfonsäuren, wie Methansulfonsäure oder p-Toluolsulfonsäure.

Bevorzugt sind jene Verbindungen der Formel (I) und ihre Salze, worin

- $R_1$  einen Alkylrest mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen, einen Cycloalkylrest mit 3 bis 5 Kohlenstoffatomen oder einen Alkenylrest mit 3 oder 4 Kohlenstoffatomen darstellt,  
 40  $R_2$  Wasserstoff bedeutet,  
 $R_3$  Wasserstoff oder die Methylgruppe darstellt,  
 $R_4$  für die Methyl-, Äthyl- oder Isopropylgruppe steht, und  
 $R_5$  den Methoxyrest, den Methyl- oder Äthylrest, den Trifluormethyl- oder Trichlormethylrest, insbesondere aber den Methylrest

45 bedeuten.

Besonders bevorzugt sind noch solche Wirkstoffe der Formel (I), in denen die in 4- und 6-Stellung stehenden substituierten Aminoreste nicht identisch sind und/oder mindestens einer der Reste  $R_1$  und  $R_4$  ein verzweigter Alkylrest mit 3 bis 5 C-Atomen ist.

Die in den erfindungsgemäßen Mitteln enthaltenen Wirkstoffe beeinflussen das Pflanzenwachstum in

verschiedener Weise. So hemmen, verzögern und unterbinden sie in erster Linie die Keimung. Die Pyrimidin-Derivate der Formel (I) sind in den üblichen Aufwandmengen, wie erwähnt, nicht phytotoxisch gegenüber den aufgelaufenen Pflanzen, hemmen aber das Längenwachstum bei einzelnen Pflanzenarten und begünstigen auch Knospenruhe. Bei sehr hohen Dosierungen von über 10 kg AS/ha können die Pflanzen auch nach dem Auflaufen unterschiedlich geschädigt werden und sogar eingehen. Einige Wirkstoffe der Formel (I) besitzen daneben auch fungizide, insbesondere pflanzenfungizide, Wirkung.

Die neuen Mittel sind besonders zur Behandlung von Getreide und Rasen geeignet. Bei Getreide wird das Längenwachstum vermindert, ohne daß eine Reduktion des Ernteertrages beobachtet wird. Behandelt man beispielsweise aufgelaufene Pflanzen von Sommerweizen, Roggen, Hafer und Reis (Pflanzen im 2-Blattstadium) mit 0,05%igen Dispersionen folgender Wirkstoffe:

- 2-Methyl-4-äthylamino-6-(3'-pentyl-amino)-5-nitro-pyrimidin,
- 2-Methoxy-4,6-bis-äthylamino-5-nitro-pyrimidin,
- 2-Methyl-4,6-bis-(äthylamino)-5-nitro-pyrimidin,
- 2-Methoxy-4-(3'-pentylamino)-5-nitro-6-äthylamino-pyrimidin,
- 2-Methyl-4-(2'-pentylamino)-6-äthylamino-5-nitro-pyrimidin,
- 2-Chlor-4,6-bis-(isopropylamino)-5-nitro-pyrimidin,

so erhält man nach 21 Tagen eine 50- bis 60%ige Hemmung des Längenwachstums. Die Pflanzen sind kräftig und dunkelgrün. Gleichartige Ergebnisse erhält man bei Zierpflanzen, z.B. *Impatiens* spp. (Springkraut), *Chrysanthemum* und Soja mit 0,1%igen Wirkstoffdispersionen. Der Zustand der Versuchspflanzen ist ebenfalls sehr gut. Bei Behandlung von bestehenden Rasenkulturen wird das Längenwachstum der Rasengräser verzögert, die Bestockung erhöht. Rasenunkräuter, wie z.B. die sich stark und schnell versamende *Poa annua* (einjähriges Rispengras), Löwenzahn, Wegericharten, Disteln usw., werden am Auskeimen und Auflaufen sehr stark gehemmt und so gut aus bestehenden Rasenkulturen entfernt. Die Hemmung des Längenwachstums liegt bei einer Rasenmischung, bestehend aus *Poa pratensis* (Wiesen-Rispengras), *Festuca ovina* (Schafschwingel), *Festuca rubra* (Rotschwingel) und *Lolium* (Raygras) zwischen 30 bis 70% (Aufwandmenge 5 kg/ha).

Ferner können die Wirkstoffe bzw. entsprechende Mittel auch als Wachstumsregulatoren zur Verminderung des Fruchtansatzes oder zur Ausdünnung von Fruchtbehang, zur Fruchtablösung, z.B. bei Citrus, oder zur Verzögerung der Blüte sowie als Defolienten und zur Verhinderung unerwünschter Geiztriebbildung (Tabak, Tomaten, Zierpflanzen, Weinreben u.a.) eingesetzt werden. Dazu eignen sich besonders wieder die oben erwähnten fünf Verbindungen. Hervorzuheben ist besonders der Einsatz zur Geiztriebhemmung in Tabak und zur Austriebhemmung bei lagernden Knollen, beispielsweise bei Zierpflanzenknollen, bei Kartoffeln oder bei Zwiebeln. Nitropyrimidine der Formel (I) verleihen in geringen Dosen einer behandelten Pflanze größere Unempfindlichkeit gegen Trockenheit, Frost und stärkeren Salzgehalt im Erdboden und können nach Behandlung von Zuckerrohr den Zuckergehalt erhöhen.

Vor allem können die neuen Mittel aber als Voraufbau-Herbizide in verschiedensten Kulturpflanzen, wie Getreide, Mais, Reis, Baumwolle, Soja, Sorghum, Zuckerrüben, Kartoffeln, Bohnen, Erdnuß usw., eingesetzt werden. Die Aufwandmengen sind verschieden und vom Applikationszeitpunkt abhängig. Sie liegen zwischen 0,1 und 10 kg Wirkstoff/ha bei Applikation vor dem Auflaufen der Pflanzen und für die Behandlung von bestehenden Rasenkulturen vorzugsweise bis zu 5 kg/ha. Um eine Verunkrautung z.B. von Eisenbahndämmen, Fabrikanlagen und Straßen usw. zu verhindern, setzt man gewöhnlich bis zu 30 kg Wirkstoff/ha ein.

Herbizide Wirkung bei Applikation der Wirkstoffe vor dem Auflaufen der Pflanzen.

a) Die Wirkstoffe werden mit Komposterde in Konzentrationen von 32 mg Wirkstoff/l Erde (= 16 kg/ha) und 8 mg Wirkstoff/l Erde (= 4 kg/ha) vermischt. In diese Erde werden folgende Testpflanzen eingesät (Saatschalen 5 cm tief mit Erde gefüllt):

- Solanum lycopersicum* (Tomate),
- Setaria italica* (Kolbenhirse),
- Avena sativa* (Hafer),
- Lolium perenne* (engl. Raygras),
- Sinapis alba* (Senf),
- Stellaria media* (Vogelmiere).

Anschließend werden die Saatschalen bei 22 bis 25°C und 50 bis 70% relativer Luftfeuchtigkeit im Gewächshaus gehalten. Nach 20 Tagen wird der Versuch ausgewertet. Die Bonitierung erfolgt nach folgendem Index:

- 1 = Pflanzen abgestorben
- 2 - 8 = Zwischenstufen der Schädigung
- 9 = Pflanzen ungeschädigt (Kontrolle)

- 5 b) Unmittelbar nach der Einsaat der Testpflanzen werden die Wirkstoffe als wässrige Suspension, erhalten aus einem 25%igen Spritzpulver, auf die Erdoberfläche appliziert. Dann werden die Saatschalen bei 22 bis 23°C und 50 bis 70% relativer Luftfeuchtigkeit gehalten. Nach 28 Tagen wird der Versuch ausgewertet. Als Testpflanzen werden verwendet:

Unkräuter:

- 10 Cyperus esculentus (Cypergras)
- Lolium multiflorum (italienisches Raygras)
- Alopecurus myosuroides (Ackerfuchsschwanz)
- Digitaria sanguinalis (Bluthirse)
- Amaranthus docendens (absteigender Amaranth)
- Setaria italica (Knollenhirse oder Fennich)
- 15 Echinochloa crus galli (Hühnerhirse)
- Rottboellia exalt. (südafrikanisches Rottboellia-Gras)

Kulturpflanzen:

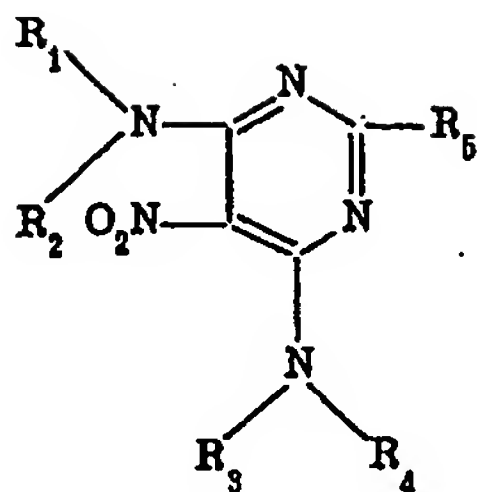
- Soja (Glycine hirsuta)
- Baumwolle (Gossypium herbaceum)
- 20 Mais (Zea mays)
- Weizen (Triticum vulgare)
- Luzerne (Medicago sativa)
- Reis (Oryza)
- Zuckerrübe (Beta)
- 25 Sorghum hybridum

Die Bonitierung erfolgt nach dem unter a) angegebenen Index. Die Aufwandsmengen betragen 2 und 4 kg Wirkstoff/ha.

In diesen Versuchen zeigten die erfindungsgemäßen Mittel eine ausgezeichnete herbizide Wirkung auf die angegebenen Testunkräuter. Kulturpflanzen werden dabei nicht geschädigt.

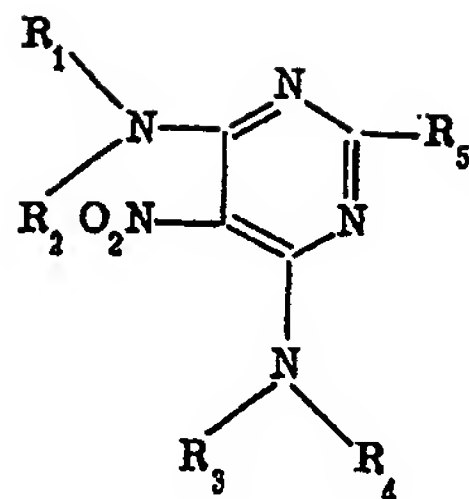
- 30 Entsprechend Methode b) wurden verschiedene Verbindungen der nachstehenden Liste geprüft. In der anschließenden Tabelle stehen die Wirkungsnoten bei Aufwandsmengen von 4 kg/ha vor dem Komma, diejenigen bei Aufwandsmengen von 2 kg/ha hinter dem Komma.

Liste von Wirkstoffen der Formel (I):

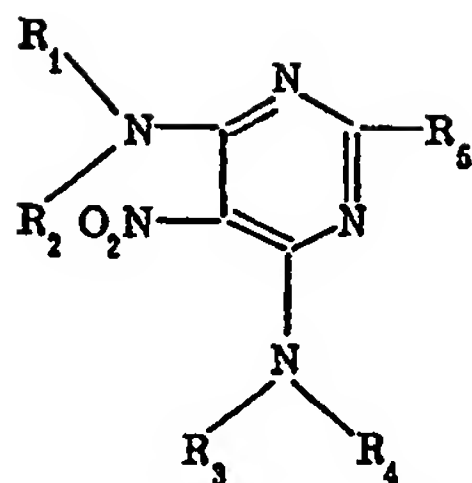


Verbindung Nr.	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>5</sub>	Physikalische Daten (°C)
1	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Fp. 169 - 170
2	1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Fp. 55 - 60
3	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Fp. 65 - 68
4	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5635
5	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5893
6	CH <sub>2</sub> =CH-CH-   CH <sub>3</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Kp. = 120-125/ 0,001 Torr
7	-CH(CH <sub>3</sub> )-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5640
8	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5620
9	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5760
10	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5615
11	CH <sub>3</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	Fp. 50 - 52
12	1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	Fp. 45
13	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	Fp. 28
14	-CH(CH <sub>3</sub> )-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5532
15	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	H	1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	Fp. 101 - 102
16	1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5660
17	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,555
18	-CH-CH <sub>2</sub> -CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5558
19	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	Fp. 30 - 31
20	-CH(CH <sub>3</sub> )C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CF <sub>3</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5209
21	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CF <sub>3</sub>	Fp. 65 - 70



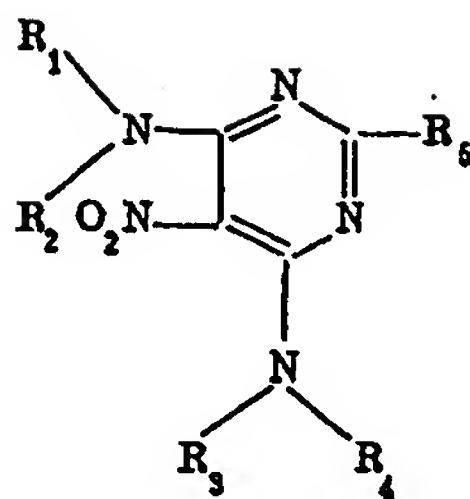


Verbindung Nr.	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>5</sub>	Physikalische Daten (°C)
22	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	CF <sub>3</sub>	Fp. 60 - 65
23	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CF <sub>3</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5175
24	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	H	CF <sub>3</sub>	Fp. 140 - 142
25	-CH(CH <sub>3</sub> )C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CCl <sub>3</sub>	Kp. 132-137/ 0,001 Torr
26	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	CCl <sub>3</sub>	Kp. 159-162/ 0,001 Torr
27	-CH(CH <sub>3</sub> )C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	CCl <sub>3</sub>	Kp. 125-131/ 0,001 Torr
28	sec. C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	CH <sub>3</sub>	H	-OCH <sub>3</sub>	Fp. 98 - 99
29	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	-OCH <sub>3</sub>	Fp. 77 - 78
30	tert. C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	-OCH <sub>3</sub>	Fp. 59 - 60
31	sec. C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	sec. C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	-OCH <sub>3</sub>	Kp. 157/ 0,001 Torr
32	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	-OCH <sub>3</sub>	Fp. 103 - 105
33	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	-OCH <sub>3</sub>	Kp. 162/ 0,001 Torr
34	sec. C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	-OCH <sub>3</sub>	Kp. 138/ 0,001 Torr
35	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Fp. 45 - 47
36	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	-OCH <sub>3</sub>	Kp. 145/ 0,001 Torr
37	sec. C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	-OCH <sub>3</sub>	Kp. 160/ 0,05 Torr
38	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	Kp. 150/ 0,04 Torr
39	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	-OC <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	Kp. 185/ 0,05 Torr



Verbindung Nr.	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>5</sub>	Physikalische Daten (°C)
40	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	H	-OCH <sub>3</sub>	Fp. 167 - 168
41	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	Cl	Fp. 128 - 130
42	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	Cl	Fp. 130 - 132
43	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	Cl	Fp. 58 - 60
44	n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	H	n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	H	-NHCH <sub>2</sub> H <sub>13</sub> (n)	Fp. 58 - 50
45	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	-NH-i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	Kp. 185/ 0,001 Torr
46	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Fp. (roh) 102 - 105
47	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Kp. 160/ 0,001 Torr
48	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	H	-NHCH <sub>3</sub>	Fp. 155 - 157
49	sec. C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	sec. C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	H	Kp. 104/ 0,001 Torr
50	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	H	Fp. 80 - 81
51	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	H	Kp. 120/ 0,001 Torr
52	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	H	Kp. 141 - 146/ 0,001 Torr
53	tert. C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	tert. C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	H	Fp. 106 - 107
54	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	H	H	Fp. 96 - 97
55	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	H	H	Fp. 192 - 193
56	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	H	Fp. 41 - 46
57	-CH(CH <sub>3</sub> )C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	H	Kp. 123 - 131/ 0,001 Torr
58	CH <sub>2</sub> =CH-CH <sub>2</sub> -	H	CH <sub>2</sub> =CH-CH <sub>2</sub> -	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 70 - 72
59	Cyclopropyl	H	Cyclopropyl	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 147 - 148





Verbindung Nr.	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>4</sub>	R <sub>3</sub>	R <sub>5</sub>	Physikalische Daten (°C)
60	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 99 - 101
61	sec. C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	sec. C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 36 - 39
62	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Kp. 140/ 0,001 Torr
63	-CH(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Kp. 100/ 0,02 Torr
64	n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	H	n-C <sub>6</sub> H <sub>13</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 41 - 43
65	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 109 - 111
66	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	Fp. 58 - 60
67	Cyclopentyl	H	Cyclopentyl	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 71 - 73
68	-C(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CN	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 76 - 78
69	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OH	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 128 - 130
70	-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OCH <sub>3</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 64 - 66
71	CH <sub>2</sub> =CH-CH <sub>2</sub> -	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 77 - 79
72	Cyclopropyl	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 118 - 119
73	-CH(CH <sub>3</sub> )C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 40 - 42
74	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	n-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 60 - 62
75	Cyclohexyl	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 78 - 80
76	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	Fp. 98 - 99
77	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	CH <sub>3</sub>	Kp. 180/ 0,001 Torr
78	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	Fp. 200 - 201
79	-CH(CH <sub>3</sub> )-CH <sub>2</sub> -OCH <sub>3</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	CH <sub>3</sub>	
80	-CH(CH <sub>3</sub> )C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	i-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	H	CH <sub>3</sub>	n <sub>D</sub> <sup>20</sup> = 1,5590

Die folgende Tabelle I gibt einige nach Testmethode a) erhaltene Ergebnisse:

Tabelle I

Verbindung Nr.	Konz. kg/ha	Solanum lycopersicum (Tomate)	Setaria italica (Hirse)	Avena sativa (Hafer)	Lolium perenne (Raygras)	Sinapis alba (Senf)	Stellaria media (Miere)
28	16	2	1	7	3	8	6
33	16	2	1	3	1	3	1
36	16	2	1	3	2	5	1
43	16	7	1	6	1	8	9
49	16	4	2	6	3	7	6
62	16			1		2	
	4		1	2		4	2

In der folgenden Tabelle II sind einige nach Testmethode b) erhaltenen Ergebnisse zusammengestellt:  
(Notenwerte für 4 kg/ha vor, für 2 kg/ha nach dem Komma).



Besonders gute herbizide Eigenschaften bei Anwendung vor dem Auflaufen der Saat zeigen Mittel, die die folgenden Wirkstoffe enthalten:

Verb. Nr.		
5	43	2-Chlor-4-isopropylamino-6-pentyl-(3)-amino-5-nitro-pyrimidin
	45	2-Chlor-4,6-bis-isopropylamino-5-nitro-pyrimidin
	32	2-Methoxy-4,6-bis-äthylamino-5-nitro-pyrimidin
	28	2-Methoxy-4-sec. butylamino-6-methylamino-5-nitro-pyrimidin
	30	2-Methoxy-4-äthylamino-6-tert. butylamino-5-nitro-pyrimidin
10	29	2-Methoxy-4,6-bis-isopropylamino-5-nitro-pyrimidin
	34	2-Methoxy-4-sec. butylamino-6-äthylamino-5-nitro-pyrimidin
	33	2-Methoxy-4-pentyl-(3)-amino-6-äthylamino-5-nitro-pyrimidin
	62	2-Methyl-4-pentyl-(3)-amino-6-äthylamino-5-nitro-pyrimidin
	36	2-Methoxy-4-isopropylamino-6-pentyl-(3)-amino-5-nitro-pyrimidin
15	47	2-Dimethylamino-4-isopropylamino-6-pentyl-(3)-amino-5-nitro-pyrimidin
	4	2-Äthyl-4-äthylamino-6-pentyl-(3)-amino-5-nitro-pyrimidin

und die entsprechenden 2-Isopropyl- und 2-Trifluormethyl-pyrimidine.

Einige Wirkstoffe der Formel (I) eignen sich hervorragend zur Nachauflauf-Bekämpfung des Problemunkrautes *Avena fatua* (Wildhafer) in Getreidekulturen, wie Weizen, Gerste und Hafer, und sind in dieser Beziehung dem 2-Methylthio-4-[pentyl-(3)-amino]-6-isopropylamino-5-nitropyrimidin der deutschen Offenlegungsschrift 2 223 644 und sogar dem "Suffix" [N-Benzoyl-N-(3',4'-dichlorphenyl)-2-aminopropionsäure-äthylester] überlegen. Dies trifft insbesondere für das 2-Methyl-4-[pentyl-(3)-amino]-6-äthylamino-5-nitropyrimidin (Nr. 62 der Tabelle) der Erfindung zu.

Herbizide Wirkung auf *Avena fatua* in Getreide nach dem Auflaufen der Pflanzen (Nachauflauf-Applikation).

Getreidepflanzen und *Avena fatua* werden im Gewächshaus bei Temperaturen von 15 bis 17°C in verschiedenen Töpfen (Dimension 18-18-20 cm) bis zum 2-Blattstadium gezüchtet und hierauf bei Tagestemperaturen von 15 bis 20°C und Nachttemperaturen von 5 bis 7°C bis zum 3- bzw. 4-Blattstadium weiterwachsen gelassen. Nach Erreichung des 3- bis 4-Blattstadiums werden die Töpfe und Pflanzen mit wässrigen Suspensionen der Wirkstoffe in fünf verschiedenen Konzentrationen besprüht. Die Auswertung der Resultate erfolgt 66 Tage nach dieser Behandlung. Während dieser Zeit betrugen die Tagestemperaturen 15 bis 20°C.

Verwendete Getreidepflanzen: Weizen (Hartweizen, Sorte "Probus", Sorte "Zenith")

Unkraut: *Avena fatua* (Typ Frankreich, Schweiz und Marokko)

Wirkstoffe: A = Nr. 62 der Tabelle (erfindungsgemäß)

B = 2-Methylthio-4-[pentyl-(3)-amino]-6-isopropylamino-5-nitro-pyrimidin  
(gemäß der deutschen Offenlegungsschrift 2 223 644)

C = "Suffix" (bekannte Vergleichssubstanz)

Verwendete Wirkstoffkonzentrationen: 8, 4, 2, 1 und 0,5 kg/ha (0,8; 0,4; 0,2; 0,1 und 0,05 g/m<sup>2</sup>)

Bonitierung: 1 = Pflanzen völlig abgestorben

9 = Pflanzen ungeschädigt (Normalstand gemäß Kontrolle)

2 - 8 = Zwischenstufen der Schädigung

Resultate:

	Kulturpflanzen (Weizen)															Avena fatua-Typ:														
	"Hart"					"Zenith"					"Probus"					Frankreich					Schweiz					Marokko				
	8	4	2	1	0,5	8	4	2	1	0,5	8	4	2	1	0,5	8	4	2	1	0,5	8	4	2	1	0,5	8	4	2	1	0,5
Konzentr. kg/ha:	8	4	2	1	0,5	8	4	2	1	0,5	8	4	2	1	0,5	8	4	2	1	0,5	8	4	2	1	0,5	8	4	2	1	0,5
Verbin- dung A																														
(Erfindung)	8	9	9	9	9	9	9	9	9	9	6	9	9	9	9	1	1	1	1	1	1	1	2	6	6	1	1	2	2	2
B	4	4	6	8	9	8	8	9	9	9	4	6	7	9	9	1	2	2	4	4	1	5	5	7	1	4	2	2	3	5
C	6	7	9	9	9	9	9	9	9	9	7	9	9	9	9	3	4	6	6	9	1	7	9	9	1	4	4	4	9	9

**Schlußfolgerung:**

Die erfindungsgemäß verwendete Verbindung A zeigt bei gleich guter bis etwas besserer Verträglichkeit gegenüber verschiedenen Weizensorten eine deutlich bessere Unkrautwirkung auf verschiedene Avena fatua-Typen, verglichen mit den bekannten Produkten B und C, wobei C das Handelsprodukt "Suffix" darstellt.

- 5 Die Herstellung erfindungsgemäßer Mittel erfolgt in an sich bekannter Weise durch inniges Vermischen und Vermahlen von Wirkstoffen der allgemeinen Formel (I) mit geeigneten Trägerstoffen, gegebenenfalls unter Zusatz von gegenüber den Wirkstoffen inerten Dispersions- oder Lösungsmitteln. Die Wirkstoffe können in den folgenden Aufarbeitungsformen vorliegen und angewendet werden:

- 10 feste Aufarbeitungsformen: Stäubemittel, Streumittel, Granulate, Umhüllungsgranulate, Imprägnierungsgranulate und Homogengranulate;
- in Wasser dispergierbare Wirkstoffkonzentrate: Spritzpulver, Pasten, Emulsionen;
- flüssige Aufarbeitungsformen: Lösungen.

- Zur Herstellung fester Aufarbeitungsformen (Stäubemittel, Streumittel, Granulate) werden die Wirkstoffe mit festen Trägerstoffen vermischt. Als Trägerstoffe kommen z.B. Kaolin, Talkum, Bolus, Löss, Kreide, Kalkstein, Kalkgrits, Attapulgit, Dolomit, Diatomeenerde, gefällte Kieselsäure, Erdalkalisilikate, Natrium- und Kaliumaluminiumsilikate (Feldspäte und Glimmer), Calcium- und Magnesiumsulfate, Magnesiumoxyd, gemahlene Kunststoffe, Düngemittel, wie Ammoniumsulfat, Ammoniumphosphat, Ammoniumnitrat, Harnstoff, gemahlene pflanzliche Produkte, wie Getreidemehl, Baumrindemehl, Holzmehl, Nußschalenmehl, Cellulosepulver, Rückstände von Pflanzenextraktionen, Aktivkohle usw., je für sich oder als Mischungen untereinander in Frage.

Die Korngröße der Trägerstoffe beträgt für Stäubemittel zweckmäßig bis zirka 0,1 mm und für Granulate 0,2 mm oder mehr.

Die Wirkstoffkonzentrationen in den festen Aufarbeitungsformen betragen 0,5 bis 80%.

- 25 Diesen Gemischen können ferner den Wirkstoff stabilisierende Zusätze und/oder nichtionische, anionenaktive und kationenaktive Stoffe zugegeben werden, die beispielsweise die Haftfestigkeit der Wirkstoffe auf Pflanzen und Pflanzenteilen verbessern (Haft- und Klebemittel) und/oder eine bessere Benetzbarkeit (Netzmittel) sowie Dispergierbarkeit (Dispergatoren) gewährleisten. Als Klebemittel kommen beispielsweise die folgenden in Frage: Olein-Kalk-Mischung, Cellulosederivate (Methylcellulose, Carboxymethylcellulose), Hydroxyäthylenglykoläther von Mono- und Dialkylphenolen mit 5 bis 15 Äthylenoxydresten/Molekül und 8 bis 9 Kohlenstoffatomen im Alkylrest, Ligninsulfonsäure, deren Alkali- und Erdalkalisalze, Polyäthylenglykoläther (Carbowaxe), Fettalkoholpolyglykoläther mit 5 bis 20 Äthylenoxydresten/Molekül und 8 bis 18 Kohlenstoffatomen im Fettalkoholteil, Kondensationsprodukte von Äthylenoxyd, Propylenoxyd, Polyvinylpyrrolidone, Polyvinylalkohole, Kondensationsprodukte von Harnstoff-Formaldehyd sowie Latexprodukte.

- 35 In Wasser dispergierbare Wirkstoffkonzentrate, d.h. Spritzpulver, Pasten und Emulsionskonzentrate, stellen Mittel dar, die mit Wasser auf jede gewünschte Konzentration verdünnt werden können. Sie bestehen aus Wirkstoff, Trägerstoff, gegebenenfalls den Wirkstoff stabilisierenden Zusätzen, oberflächenaktiven Substanzen und Antischaummitteln und gegebenenfalls Lösungsmitteln. Die Wirkstoffkonzentration in diesen Mitteln beträgt 5 bis 80%.

- 40 Die Spritzpulver und Pasten werden erhalten, indem man die Wirkstoffe mit Dispergiermitteln und pulverförmigen Trägerstoffen in geeigneten Vorrichtungen bis zur Homogenität vermischt und vermahlt. Als Trägerstoffe kommen beispielsweise die vorstehend für die festen Aufarbeitungsformen erwähnten in Frage. In manchen Fällen ist es vorteilhaft, Mischungen verschiedener Trägerstoffe zu verwenden. Als Dispergatoren können beispielsweise verwendet werden: Kondensationsprodukte von sulfoniertem Naphthalin und sulfonierten Naphthalinderivaten mit Formaldehyd, Kondensationsprodukte des Naphthalins bzw. der Naphthalinsulfonsäuren mit Phenol und Formaldehyd sowie Alkali-, Ammonium- und Erdalkalisalze von Ligninsulfonsäure, weiter Alkylarylsulfonate, Alkali- und Erdalkalimetallsalze der Dibutyl-naphthalinsulfonsäure, Fettalkoholsulfate, wie Salze sulfatierter Hexadecanole, Heptadecanole und Salze von sulfatierter Fettalkoholglykoläther, das Natriumsalz von Oleylmethyltaurid, tertiäre Acetylenglykole, Dialkyldilaurylammoniumchlorid und fettsaure Alkali- und Erdalkalisalze.

Als Antischaummittel kommen z.B. Silicone in Frage.

- Die Wirkstoffe werden mit den oben aufgeführten Zusätzen so vermischt, vermahlen, gesiebt und paßiert, daß bei den Spritzpulvern der feste Anteil eine Korngröße von 0,02 bis 0,04 und bei den Pasten von 0,03 mm nicht überschreitet. Zur Herstellung von Emulsionskonzentraten und Pasten werden Dispergiermittel, wie sie in den vorangehenden Abschnitten aufgeführt wurden, organische Lösungsmittel und Wasser verwendet.

Als Lösungsmittel kommen beispielsweise die folgenden in Frage: Alkohole, Benzol, Xylole, Toluol,

Dimethylsulfoxyd, N, N-dialkylierte Amide, N-Oxyde von Aminen, insbesondere Trialkylaminen, und im Bereich von 120 bis 350°C siedende Mineralölfractionen.

Ferner können die erfindungsgemäßen Mittel in Form von Lösungen angewendet werden. Hierzu wird der Wirkstoff bzw. werden mehrere Wirkstoffe der allgemeinen Formel (I) in geeigneten organischen Lösungsmitteln, Lösungsmittelgemischen, Wasser oder Gemischen von organischen Lösungsmitteln mit Wasser gelöst. Als organische Lösungsmittel können aliphatische und aromatische Kohlenwasserstoffe, deren chlorierte Derivate, Alkyl-naphthaline, Mineralöle allein oder als Mischung untereinander verwendet werden. Die Lösungen sollen die Wirkstoffe in einem Konzentrationsbereich von 1 bis 20% enthalten.

Diese Lösungen können entweder mit Hilfe eines Treibgases (als Spray) oder mit speziellen Spritzen (als Aerosol) aufgebracht werden.

Den beschriebenen erfindungsgemäßen Mitteln lassen sich andere biozide Wirkstoffe oder Mittel beimischen. So können die neuen Mittel außer den genannten Verbindungen der allgemeinen Formel (I), z.B. Insektizide, Fungizide, Bakterizide, Fungistatika, Bakteriostatika oder Nematizide, zur Verbreiterung des Wirkungsspektrums enthalten. Die erfindungsgemäßen Mittel können ferner noch Pflanzendünger, Spurenelemente usw. enthalten.

Im folgenden werden Aufarbeitungsformen der neuen Wirkstoffe der allgemeinen Formel (I) beschrieben. Teile bedeuten Gewichtsteile.

#### Granulat

Zur Herstellung eines 5%igen Granulats werden die folgenden Stoffe verwendet:

20	5	Teile	2-Methoxy-4-äthylamino-5-nitro- -6-sek.butylamino-pyrimidin,
	0,25	Teile	Epichlorhydrin,
	0,25	Teile	Cetyl-polyglykoläther,
	3,50	Teile	Polyäthylenglykol,
25	91	Teile	Kaolin (Korngröße 0,3 bis 0,8 mm)

Die Aktivsubstanz wird mit Epichlorhydrin vermischt und in 6 Teilen Aceton gelöst, hierauf wird Polyäthylenglykol und Cetyl-polyglykoläther zugesetzt. Die so erhaltene Lösung wird auf Kaolin aufgesprüht und anschließend im Vakuum verdampft.

#### Spritzpulver

Zur Herstellung eines a) 50%igen, b) 25%igen und c) 10%igen Spritzpulvers werden folgende Bestandteile verwendet:

	a)	50	Teile	2-Methoxy-4-äthylamino-5-nitro- -6-(pent-3'-ylamino)-pyrimidin,
		5	Teile	Natriumdibutyl-naphthylsulfonat,
35		3	Teile	Naphthalinsulfonsäuren-Phenolsulfon- säuren-Formaldehyd-Kondensat 3 : 2 : 1,
		20	Teile	Kaolin,
		22	Teile	Champagne-Kreide;
	b)	25	Teile	2-Methyl-4-isopropylamino-5-nitro- -6-methylamino-pyrimidin,
40		5	Teile	Oleylmethyltaurid-Natrium-Salz,
		2,5	Teile	Naphthalinsulfonsäuren-Formaldehyd- Kondensat,
		0,5	Teile	Carboxymethylcellulose,
45		5	Teile	neutrales Kalium-Aluminium-Silikat,
		62	Teile	Kaolin;
	c)	10	Teile	2-Dimethylamino-4-sek.butylamino- -5-nitro-6-methylamino-pyrimidin;
		3	Teile	Gemisch der Natriumsalze von gesättigten Fettalkoholsulfaten,
50		5	Teile	Naphthalinsulfonsäuren-Formaldehyd- Kondensat,
		82	Teile	Kaolin.



Der angegebene Wirkstoff wird auf die entsprechenden Trägerstoffe (Kaolin und Kreide) aufgezogen und anschließend vermischt und vermahlen. Man erhält Spritzpulver von vorzüglicher Benetzbarkeit und Schwebefähigkeit. Aus solchen Spritzpulvern können durch Verdünnen mit Wasser Suspensionen jeder gewünschten Wirkstoffkonzentration erhalten werden. Derartige Suspensionen werden zur Bekämpfung von Unkräutern und 5 Ungräsern in Kulturpflanzungen im Voraufverfahren und zur Behandlung von Rasenanlagen verwendet.

#### Paste

Zur Herstellung einer 45%igen Paste werden folgende Stoffe verwendet:

- |    |          |                                   |
|----|----------|-----------------------------------|
|    | 45 Teile | 2-Chlor-4-isopropylamino-5-nitro- |
|    |          | -6-(pent-3'-yl-amino)-pyrimidin,  |
| 10 | 5 Teile  | Natriumaluminiumsilikat,          |
|    | 14 Teile | Cetylpolyglykoläther mit 8 Mol    |
|    |          | Äthylenoxyd,                      |
|    | 1 Teil   | Oleypolyglykoläther mit 5 Mol     |
|    |          | Äthylenoxyd,                      |
| 15 | 2 Teile  | Spindelöl,                        |
|    | 10 Teile | Polyäthylenglykol,                |
|    | 25 Teile | Wasser.                           |

Der Wirkstoff wird mit den Zuschlagstoffen in dazu geeigneten Geräten innig vermischt und vermahlen. Man erhält eine Paste, aus der sich durch Verdünnen mit Wasser Suspensionen jeder gewünschten 20 Konzentration herstellen lassen. Die Suspensionen eignen sich zur Behandlung von Rosenanlagen.

#### Emulsionskonzentrat

Zur Herstellung eines 25%igen Emulsionskonzentrats werden

- |    |          |  |
|----|----------|--|
|    | 25 Teile | 2-Methyl-4-isopropylamino-5-nitro-     |
|    |          | -6-pentyl-(3)-amino-pyrimidin,         |
| 25 | 5 Teile  | Mischung von Nonylphenolpolyoxyäthylen |
|    |          | und Calcium-dodecylbenzol-sulfonat,    |
|    | 35 Teile | 3,5,5-Trimethyl-2-cyclohexen-1-on,     |
|    | 35 Teile | Dimethylformamid                       |

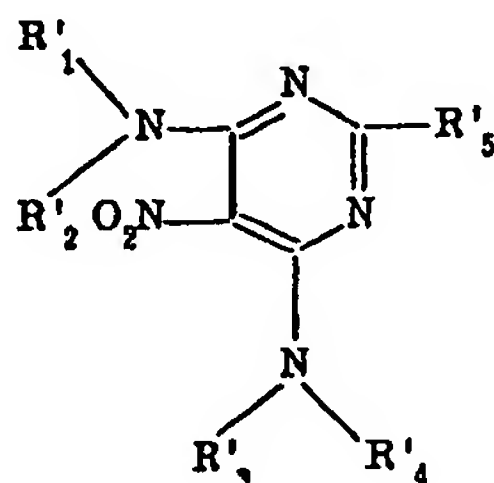
miteinander vermischt. Dieses Konzentrat kann mit Wasser zu Emulsionen auf geeignete Konzentrationen 30 verdünnt werden. Solche Emulsionen eignen sich zur Bekämpfung von Unkräutern in Kulturpflanzungen.

Anstatt des jeweiligen, in den vorhergehenden Formulierungsbeispielen angegebenen Wirkstoffs kann auch eine andere der von der Formel (I) umfaßten Verbindungen verwendet werden.

Der Großteil der Wirkstoffe der Formel (I) und der in der vorstehenden Liste aufgeführten Stoffe sind neue, in der Literatur noch nicht beschriebene Verbindungen.

35 Bekannt sind lediglich einige Verbindungen, z.B. solche, in denen R<sub>5</sub> Wasserstoff oder Methyl bedeutet und gleichzeitig R<sub>2</sub> und R<sub>3</sub> Wasserstoff und R<sub>1</sub> und R<sub>4</sub> gleiche niedere Alkylreste (Methyl, tert. Butyl) darstellen (J. Chem. Soc. [1970], S.494; [1965], S.3770, und J. Appl. Chem. 74 [1954]).

Besonders wirksame neue Verbindungen sind jene, welche der Formel (Ia) entsprechen:



(Ia)

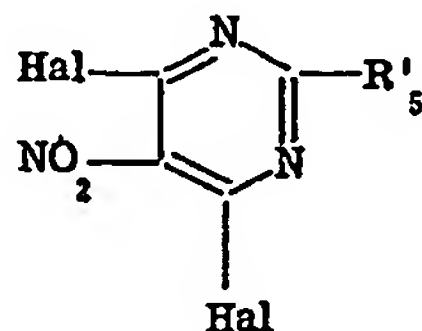
40 worin

- |                                   |   |
|-----------------------------------|---|
| R <sub>1</sub>                    | einen Alkylrest mit 1 bis 6 C-Atomen, einen Alkenylrest mit höchstens 5 C-Atomen, einen Cycloalkylrest oder einen niederen Hydroxyalkyl- oder Cyanoalkylrest, |
| R <sub>2</sub> und R <sub>3</sub> | je Wasserstoff oder niederes Alkyl,   |
| R <sub>4</sub>                    | einen Alkylrest mit 2 bis 6 C-Atomen oder einen Cycloalkylrest und  |
| 45 R <sub>5</sub>                 | den Methoxyrest, einen Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen, den Dimethylaminorest oder einen Trihalogenmethylrest  |
- bedeuten.

Darunter stechen wirkungsmäßig noch jene besonders hervor, bei denen R'<sub>5</sub> niederes Alkyl, insbesondere Methyl, ist, R'<sub>1</sub> und R'<sub>4</sub> Cycloalkyl- oder Alkylreste sind, von denen mindestens einer verzweigt ist und die substituierten Aminoreste in 4- und 6-Stellung nicht identisch sind.

Die Herstellung neuer Wirkstoffe der Formeln (I) und (Ia) erfolgt entsprechend den für die Herstellung 5 der bekannten Vertreter dieser Verbindungsgruppe vorgeschlagenen Methoden.

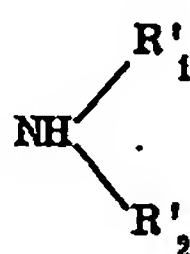
Die neuen 5-Nitropyrimidine der Formel (Ia) werden erhalten, indem man ein entsprechendes 4,6-Di-halogen-5-nitro-pyrimidin-Derivat der Formel:



(II)

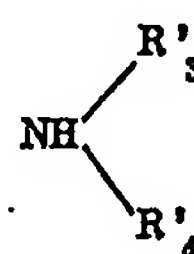
worin

- 10 R'<sub>5</sub> die unter Formel (Ia) angegebenen Bedeutungen hat und  
Hal je für ein Halogenatom, vorzugsweise für Chlor oder Brom,  
steht, nacheinander mit Aminen der Formeln:



(III)

und/oder



(IV)

in Gegenwart eines säurebindenden Mittels und gegebenenfalls eines Lösungs- und/oder Verdünnungsmittels 15 umgesetzt.

In den Formeln (II), (III) und (IV) haben die Symbole R'<sub>1</sub> bis R'<sub>5</sub> die unter Formel (Ia) angegebenen Bedeutungen.

Der bei Verwendung unterschiedlicher Amine der Formeln (III) oder (IV) notwendige stufenweise Austausch ist sowohl temperatur- als auch zeit- und lösungsmittelabhängig. Im allgemeinen liegen die Reaktionstemperaturen im Bereich von -60 bis +120°C, wobei für den Austausch des ersten Halogenatoms Temperaturen zwischen -60 bis +20°C und der des zweiten Halogenatoms Temperaturen zwischen 10 und 50°C oder höher gewählt werden müssen.

Als Lösungs- oder Verdünnungsmittel kommen für die Umsetzungen Wasser, Ketone, wie Aceton oder Methyläthylketon, Äther und ätherartige Verbindungen, wie Dioxan oder Tetrahydrofuran, aliphatische und 25 aromatische Kohlenwasserstoffe und Halogenkohlenwasserstoffe, ferner Nitrile, wie Acetonitril, N,N-di-alkylierte Amide, wie Dimethylformamid, oder Sulfoxyde, wie Dimethylsulfoxyd, sowie Gemische solcher Lösungsmittel untereinander in Betracht.

Als säurebindende Mittel sind anorganische Basen, wie Alkalimetall- und Erdalkalimetallhydroxyde, -hydrogencarbonate und -carbonate, am besten geeignet. Es kommen aber auch als organische Basen 30 tiere Amine, wie Trialkylamine, Dialkylamine, Pyridin und Pyridinbasen, in Frage. Ebenso kann die jeweilige Aminkomponente der Formel (III) oder (IV), im Überschuß eingesetzt, als säurebindendes Mittel dienen. Bevorzugt werden Natriumhydroxyd oder Kaliumhydroxyd.

Als Zwischenprodukte lassen sich nach Austausch eines Halogenatoms gegen den Rest eines Amins der Formel (III) oder (IV) 4-(6)-Amino-6-(4)-halogen-5-nitro-pyrimidin-Derivate isolieren, von denen ein Teil 35 noch nicht in der Literatur beschrieben ist.

Für die Herstellung von 4,6-Diamino-5-nitro-pyrimidin-Derivaten der Formel (Ia), bei denen R'<sub>5</sub> für eine Dimethylaminogruppe oder den Methoxyrest steht, verwendet man entweder 2,4,6-Trihalogen-5-nitro-pyrimidin oder ein 2-Alkylthio-4,6-dichlor-5-nitro-pyrimidin-Derivat als Ausgangsstoff. Die in 4- und 6-Stellung befindlichen Halogenatome werden hierzu auf dem im vorangehenden beschriebenen Wege ausgetauscht, das verbleibende, in 2-Stellung befindliche Halogen wird dann gegen den Rest des entsprechenden Amins oder Alkohols ausgetauscht.

Die Reaktionstemperaturen liegen für diesen Verfahrensschritt bei 30 bis 120°C. Als säurebindende Mittel und als Lösungs- oder Verdünnungsmittel kommen die oben aufgeführten in Betracht.

Durch Austausch der RS-Gruppe eines 2-Alkylthio-4,6-diamino-pyrimidins gegen den Rest RO mittels 45 eines Alkanolats, wie z.B. eines Alkalimetall-Methylats in Gegenwart eines Lösungs- oder Verdünnungs-

mittels, vorzugsweise des dem Alkanolat entsprechenden Alkanols, oder ferner Dimethylsulfoxyd, Dimethylcellosolve usw., bei Temperaturen zwischen 0 und 130°C, erhält man die gewünschten 4,6-Diamino-5-nitro-2-alkoxy-pyrimidine.

Für die Herstellung von Additionssalzen setzt man die Pyrimidin-Derivate der Formeln (I) und (Ia) in an sich bekannter Weise mit anorganischen und organischen Säuren um. Bevorzugt sind für die Pyrimidin-Derivate der Formel (I) die starken Säuren, wie Halogenwasserstoffsäuren, Schwefelsäure, Fluorborsäure, Phosphorsäuren, Alkylschwefelsäuren usw.

Die folgenden Vorschriften dienen zur Veranschaulichung der Herstellungsverfahren für die beschriebenen Verbindungen. Diese und weitere auf den in den Beispielen beschriebenen Wegen hergestellte Pyrimidin-Derivate der Formeln (I) und (Ia) sind bereits in der Liste im vorderen Teil der Beschreibung aufgeführt.

Temperaturen sind in Grad Celsius angegeben.

Vorschrift 1:

a) In eine Lösung von 60,0 g 2-Methylthio-4,6-dichlor-5-nitro-pyrimidin in 750 ml absolutem Äthanol werden bei zirka 35° ohne Kühlung 50 g Äthylamingas langsam eingeleitet. Anschließend wird die Mischung 2 h bei Raumtemperatur gerührt und bei 45°C im Vakuum zur Trockene eingengt. Der Rückstand wird mit 500 ml Wasser aufgeschlemmt, abgetrennt und mit Wasser gewaschen. Das Produkt wird aus einem Gemisch von Hexan und Pentan im Verhältnis 10 : 1 umkristallisiert. Das 2-Methylthio-4,6-bis-äthylamino-5-nitro-pyrimidin hat den Fp. 130 bis 131°.

b) 11,25 g 4,6-Diäthylamino-2-methylthio-5-nitro-pyrimidin werden in 200 ml absolutem Methanol vorgelegt. Danach werden 20 ml Triäthylamin und anschließend 3,2 g Natriummethylat, in 50 ml absolutem Methanol gelöst, zugegeben. Dieses Gemisch wird 20 h bei 90° am Rückfluß gerührt, anschließend auf Zimmertemperatur gekühlt. Hernach wird die Lösung in 2 l Eiswasser gegossen und die Temperatur mit wenig Eis bei 25° gehalten. Die nun ausgefallenen Kristalle werden abgenutscht, mit Wasser gewaschen und im Wasserstrahlvakuum bei 70° über KOH 16 h getrocknet. Man erhält 9,3 g 2-Methoxy-4,6-bis-äthylamino-5-nitro-pyrimidin mit einem Fp. von 98 bis 100°. Bei Umkristallisation aus Isopropyläther erhält man gelbliche Kristalle mit einem Fp. von 103 bis 105°.

Vorschrift 2: In eine Lösung von 3,7 g 2,4,6-Trichlor-5-nitro-pyrimidin und 50 ml Äthanol werden bei 0° 3 g Äthylamingas eingeleitet. Die Lösung wird dann 30 min lang bei 5 bis 10° gehalten und anschließend bei 30° am Vakuum zur Trockene eingedampft. Der Rückstand wird mit Wasser gewaschen und getrocknet. Das 2-Chlor-4,6-bis-äthylamino-5-nitro-pyrimidin hat den Fp. 130 bis 132°.

Erhitzt man methanolische Lösung von 2-Chlor-4,6-bis-äthylamino-5-nitro-pyrimidin in Gegenwart von Natriummethylat, so erhält man 2-Methoxy-4,6-bis-äthylamino-5-nitro-pyrimidin gemäß Vorschrift 1 b).

Vorschrift 3: 30 g (0,1 Mol) 2-Methyl-mercapto-4-äthylamino-5-nitro-6-(3-pentylamino)-pyrimidin werden in 400 ml Methanol gelöst. 8,1 g (0,15 Mol) Natriummethylat, gelöst in 100 ml Methanol, werden mit 20 ml Triäthylamin zur vorgelegten Lösung gegeben. Das Gemisch wird 16 h unter Rückfluß gekocht, eingedampft und mit 200 ml Wasser versetzt. Danach wurde dreimal mit Äther extrahiert, die Extrakte über MgSO<sub>4</sub> getrocknet, filtriert und die ätherische Lösung eingedampft. Als Rückstand blieben 21,1 g 2-Methoxy-4-äthylamino-5-nitro-6-(3-pentylamino)-pyrimidin, Kp. 162°/0,001 Torr (74,5% d. Th.).

		C	H	N	S
Analysendaten:	Berechnet:	50,87	7,47	24,72	-
	Gefunden:	51,53	7,66	24,45	< 0,3

Vorschrift 4: 20,7 g 2-Methyl-4,6-dichlor-5-nitro-pyrimidin werden in 300 ml Alkohol gelöst, vorgelegt und 12 ml Triäthylamin zugegeben. Anschließend werden bei 25 bis 30° im Eisbad 6 g Äthylamin eingeleitet bzw. zugetropft. Das Reaktionsgemisch wird bei Raumtemperatur 1/2 h gerührt, anschließend eingedampft und der Rückstand mit 300 ml Wasser versetzt. Der ausgefallene Niederschlag wird abgenutscht und der Filtrerrückstand mit Wasser gewaschen, bis der Auslauf keine Cl-Ionen mehr enthält. Nun wird das Produkt am Wasserstrahlvakuum bei 50° getrocknet. Man erhält das 2-Methyl-4,6-bis-äthylamino-5-nitro-pyrimidin mit dem Fp. von 109 bis 110°.

Vorschrift 5:

a) Zu 32,5 g (0,156 Mol) 2-Methyl-4,6-dichlor-5-nitro-pyrimidin werden 30 ml Triäthylamin zugegeben. Bei -18° werden 3,5 g i-Propylamin (0,16 Mol) zugetropft und danach 1 1/4 h bei dieser Temperatur gerührt. Anschließend wird das Gemisch auf 4 l Wasser gegossen, der Niederschlag abgenutscht und dreimal mit Wasser gewaschen. Das Rohprodukt wird bei 50° und 11 Torr 16 h getrocknet. Man erhält 26,4 g 2-Methyl-4-chlor-5-nitro-6-isopropylamino-pyrimidin, Fp. 69 bis 72°. Die Reinsubstanz (umkristallisiert aus Hexan) schmilzt bei 77 bis 79°.

b) Zu 8,05 g (0,035 Mol) 2-Methyl-4-chlor-5-nitro-6-isopropylamino-pyrimidin werden 10 ml Tri-

äthylamin zugegeben. Unter Eiskühlung werden 7,8 g (0,1 Mol) sek. Butylamin langsam zugetropft und 16 h bei Raumtemperatur gerührt. Die Reaktionslösung wird eingedampft, mit 500 ml Wasser angeschlämmt und dreimal mit Äther extrahiert. Die Ätherextrakte werden mit  $\text{MgSO}_4$  getrocknet, filtriert und eingedampft. Man erhält 9,0 g 2-Methyl-4-isopropylamino-6-sek. butylamino-5-nitro-  
5 -pyrimidin (36,5%) als Öl.

Vorschrift 6: Zu 5,4 g (0,025 Mol) 2-Methyl-4-äthylamino-5-nitro-6-chlor-pyrimidin (Fp. = 58 bis 61° und hergestellt analog Vorschrift 5a), gelöst in 150 ml absolutem Alkohol, werden 5 ml Triäthylamin gegeben und danach 2,6 g (0,03 Mol) 3-Aminopentan addiert. Nach 2 h wurde das Gemisch eingedampft, mit zirka 300 ml Wasser versetzt und zweimal mit Äther extrahiert. Die kombinierten Ätherextrakte werden  
10 mit  $\text{MgSO}_4$  getrocknet, filtriert und eingedampft. Man erhält 7,5 g 2-Methyl-4-äthylamino-5-nitro-6-(3'-pentylamino)-pyrimidin, Kp. 140°/0,001 Torr.

		C	H	N	Cl
Analysendaten:	Berechnet:	53,91	7,92	26,20	-
	Gefunden:	53,86	7,95	25,83	< 0,1

Vorschrift 7: 19,4 g (0,1 Mol) 4,6-Dichlor-5-nitro-pyrimidin werden in 250 ml Alkohol gelöst und danach bei maximal 40° (Eisbad) 22,5 g Äthylamin (0,5 Mol) eingeleitet. Nach 15 min Nachrühren wird eingedampft und mit Wasser versetzt. Die Suspension wird abgemutscht und dreimal mit Wasser gewaschen. Danach wurde bei 11 Torr und 50° 16 h getrocknet. Man erhält 19,9 g 4,6-Bis-(äthylamino)-5-nitro-pyrimidin; Fp. 80 bis 81°. Fp. nach Umkristallisieren aus Hexan: 81 bis 82°.

		C	H	N	Cl
Analysendaten:	Berechnet:	45,09	6,20	33,15	-
	Gefunden:	45,57	6,11	33,03	< 0,1

Vorschrift 8: 5,4 g 4-i-Propylamino-5-nitro-6-chlorpyrimidin (J. Chem. soc. [1970], S. 494) (0,025 Mol) werden in Alkohol gelöst und mit 5 ml Triäthylamin versetzt. Bei Raumtemperatur werden  
25 3,5 g (0,04 Mol) Pentyl-(3)-amin zugesetzt und anschließend 16 h bei zirka 100° Badtemperatur unter Rückfluß gekocht. Das Gemisch wird eingedampft, mit zirka 200 ml Wasser versetzt und dreimal mit Äther extrahiert. Diese Ätherextrakte werden über  $\text{MgSO}_4$  getrocknet und eingedampft. Der Rückstand enthält das gewünschte 4-i-Propylamino-5-nitro-6-(3-pentylamino)-pyrimidin, Kp. = 141 bis 145°/0,001 Torr.

Vorschrift 9: 15,6 g 2-Methylmercapto-4-isopropylamino-5-nitro-6-(3-pentylamino)-pyrimidin  
30 (0,05 Mol) werden, in 250 ml Alkohol gelöst, vorgelegt. Danach werden 20 ml Triäthylamin und 3 g Dimethylamin zugegeben. Das Reaktionsgemisch wird unter Hochdruck (12 Bar) 16 h bei 100° gehalten, bis auf Grund des Dünnschichtchromatogramms (Kieselgel, Hexan/Aceton 5 : 1) kein Ausgangsmaterial mehr vorhanden ist. Das Gemisch wird eingedampft, mit Wasser versetzt und zweimal mit Äther extrahiert. Die Ätherextrakte werden über  $\text{MgSO}_4$  getrocknet, filtriert und eingedampft. Man erhält 13,5 g 2-Dimethyl-  
35 amino-4-isopropylamino-5-nitro-6-(3-pentylamino)-pyrimidin, Kp. 160°/0,001 Torr.

		C	H	N	S
Analysendaten:	Berechnet:	54,17	8,44	27,08	-
	Gefunden:	55,06	8,54	26,55	< 0,5

Vorschrift 10: 1,15 g (0,005 Mol) 2,4,6-Trichlor-5-nitro-pyrimidin werden in 50 ml Alkohol gelöst und  
40 anschließend mit 2,9 g (0,05 Mol) Isopropylamin versetzt. Es wurde 3 h bei Raumtemperatur gerührt, nachdem zuerst die Temperatur auf 35° stieg, und anschließend eingedampft. Der Rückstand wird mit 100 ml Wasser versetzt und zweimal mit Äther extrahiert. Der Ätherextrakt wurde über  $\text{MgSO}_4$  4 h getrocknet, filtriert und eingedampft. Ausbeute an 2,4,6-Tri-isopropylamino-5-nitro-pyrimidin beträgt 1,1 g Öl; Kp. 185° bei 0,001 Torr.

Vorschrift 11:

a) 10 Mol Isobutyronitril und 10 Mol absolutes Äthanol werden gemischt und bei maximal 30° 10 Mol HCl-Gas eingeleitet. Nach dem Rühren über Nacht wird eine Lösung von 10 Mol Ammoniak in 1,5 l absolutes Äthanol zugetropft und über Nacht gerührt. Die Reaktionslösung wird filtriert und zur Trockene eingeeengt, dann in zirka 2 l Methanol gelöst und zu einer Lösung von 30 Mol  $\text{NaOCH}_3$  in  
50 3,5 l Methanol gegeben. Nach der Zugabe wird über Nacht bei 20° gerührt. Das Reaktionsgemisch wird anschließend eingeeengt, der Rückstand in Wasser aufgenommen und mit HCl angesäuert. Dabei kristallisiert das 4,6-Dihydroxy-2-isopropyl-pyrimidin aus. Fp. 290 bis 300°.

b) 220 g 4,6-Dihydroxy-2-isopropyl-pyrimidin werden bei 0° zu 500 ml 100%iger Salpetersäure gege-



ben und 1 h gerührt. Anschließend gießt man das Nitriergemisch auf Eiswasser, filtriert, wäscht mit Wasser und trocknet im Vakuum über  $P_2O_5$ . Man erhält 110 g 4,6-Dihydroxy-2-isopropyl-5-nitro-pyrimidin vom Fp.  $300^{\circ}$ .

5 c) 110 g (0,55 Mol) 4,6-Dihydroxy-2-isopropyl-5-nitro-pyrimidin werden zu 400 ml  $POCl_3$  gegeben. Nun tropft man 110 ml N,N-Diäthylanilin zu, wobei die Temperatur auf  $45^{\circ}$  ansteigt. Man kocht noch 1 h am Rückfluß und gießt das Ganze nach dem Abkühlen auf Eiswasser, welches anschließend filtriert wird. Der Rückstand wird mit Äther extrahiert, wobei man 65 g 4,6-Dichlor-2-isopropyl-5-nitro-pyrimidin, Fp.  $32^{\circ}$ , erhält.

10 d) 5 g 4,6-Dichlor-2-isopropyl-5-nitro-pyrimidin werden in 100 ml absolutem Äthanol gelöst, mit 5 ml Triäthylamin und 5,9 g Isopropylamin versetzt und über Nacht gerührt. Nach dem Eindampfen des Reaktionsgemisches wird das Produkt in Wasser aufgenommen und mit Äther extrahiert. Man erhält 5,5 g 2-Isopropyl-4,6-bis-(diisopropylamino)-5-nitro-pyrimidin, Fp.  $45^{\circ}$ .

Vorschrift 12:

15 a) 4,72 g (0,02 Mol) 4,6-Dichlor-2-isopropyl-5-nitro-pyrimidin werden in 100 ml absolutem Äthanol gelöst. Bei  $-30^{\circ}$  werden 2 g (0,02 Mol) Triäthylamin und 0,9 g (0,02 Mol) Äthylamin zugegeben. Es wird nun 4 h bei  $-20^{\circ}$  und 6 h bei  $0^{\circ}$  gerührt. Anschließend wird das Reaktionsgemisch zur Trockene eingeeengt und das Produkt in Wasser aufgenommen und mit Äther extrahiert. Man erhält 4,5 g 2-Isopropyl-4-äthylamino-5-nitro-6-chlor-pyrimidin vom Fp.  $50^{\circ}$ .

20 b) 0,02 Mol 4-Äthylamino-6-chlor-2-isopropyl-5-nitro-pyrimidin werden in 100 ml absolutem Äthanol gelöst, mit 0,05 Mol Triäthylamin und 0,05 Mol Isopropylamin versetzt und über Nacht gerührt. Das Reaktionsgemisch wird sodann zur Trockene eingeeengt und das Produkt in Wasser aufgenommen und mit Äther extrahiert. Die Ausbeute 2-Isopropyl-4-äthylamino-6-isopropylamino-5-nitro-pyrimidin beträgt 90%,  $n_D^{20}$  : 1,5660.

25 Vorschrift 13: 5,25 g (0,02 Mol) 4,6-Dichlor-5-nitro-2-trifluormethyl-pyrimidin (J. Org. Chem. 26 [1961], S.4504 bis 4508) werden in 150 ml absolutem Äthanol gelöst, mit 5 ml Triäthylamin (0,05 Mol) und 4,5 g (0,1 Mol) Äthylamin versetzt und über Nacht gerührt. Anschließend wird zur Trockene eingedampft, in Äther aufgenommen und mit Wasser gewaschen. Aus der Ätherphase erhält man nach dem Trocknen und Einengen 5,5 g 4,6-bis-Äthylamino-5-nitro-2-trifluormethyl-pyrimidin vom Fp. 60 bis  $65^{\circ}$ .

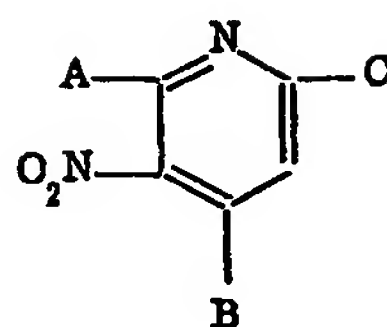
Vorschrift 14:

30 a) 5,25 g (0,02 Mol) 4,6-Dichlor-5-nitro-2-trifluormethyl-pyrimidin werden in 100 ml absolutem Äthanol gelöst und auf  $-30^{\circ}$  gekühlt. Bei dieser Temperatur werden 2,0 g (0,02 Mol) Triäthylamin und 0,9 g (0,02 Mol) Äthylamin zugesetzt. Zuerst wird während 4 h bei  $-20$  bis  $-30^{\circ}$ , anschließend 6 h bei  $0^{\circ}$  gerührt. Nach dem Stehenlassen über Nacht bei  $20^{\circ}$  wird das Reaktionsgemisch zur Trockene eingeeengt, der Rückstand in Äther aufgenommen und mit Wasser gewaschen. Nach dem Trocknen und  
35 Einengen der Ätherphase erhält man 5,3 g 4-Äthylamino-6-chlor-5-nitro-2-trifluormethyl-pyrimidin als hellgelbes Öl  $n_D^{20}$  : 1,4985.

b) 5,4 g (0,02 Mol) 4-Äthylamino-6-chlor-5-nitro-2-trifluormethyl-pyrimidin werden in 100 ml absolutem Äthanol gelöst, mit 2,3 g Triäthylamin (0,023 Mol) und 1,7 g (0,023 Mol) 2-Aminobutan versetzt und über Nacht gerührt. Nach dem Eindampfen wird das Produkt in Wasser aufgenommen und  
40 mit Äther extrahiert. Man erhält 4,5 g 4-Äthylamino-5-nitro-6-(2-butylamino)-2-trifluormethyl-pyrimidin  $n_D^{20}$  : 1,5209.

Eine Anzahl der zur Herstellung neuer Endprodukte der Formel (Ia) benötigten Ausgangsstoffe und Zwischenprodukte sind ebenfalls neue Verbindungen, welche entsprechend den in den ersten Abschnitten einiger Vorschriften beschriebenen Methoden hergestellt worden sind. Eine Zusammenstellung solcher neuer Ausgangsstoffe und Zwischenprodukte wird in folgender Tabelle angegeben:

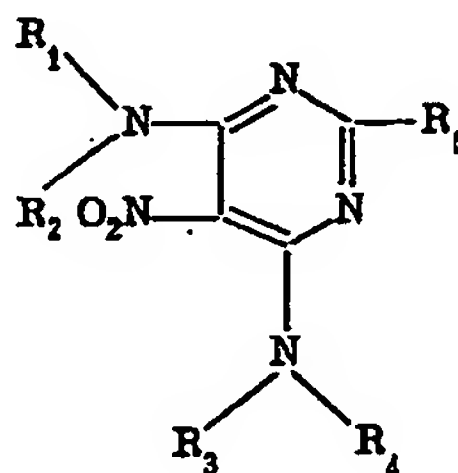
Ausgangsstoffe und Zwischenprodukte der Formel



A	B	C	Physikalische Daten
Cl	Cl	SCH <sub>3</sub>	Fp. 58 - 60°
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NH-	Cl	CH <sub>3</sub>	Fp. 61 - 63°
3-Pentyl-NH-	Cl	CH <sub>3</sub>	Fp. 42 - 44°
sek. C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -NH-	Cl	H	Kp. 87°/0,001 Torr
1-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -NH-	Cl	Cl	Fp. 72 - 74°

PATENTANSPRÜCHE:

1. Mittel zur Hemmung des Pflanzenwachstums, insbesondere herbizides Mittel, gekennzeichnet durch den Gehalt an mindestens einem 5-Nitropyrimidinderivat der allgemeinen Formel:



(I)

als Wirkstoffkomponente, worin

- 10  $R_1$  einen Alkylrest mit 1 bis 6 C-Atomen, einen Alkenylrest mit höchstens 5 C-Atomen, einen niederen Cycloalkyl-, Alkoxyalkyl-, Cyanoalkyl- oder Hydroxyalkylrest,  
 $R_2$  und  $R_3$  unabhängig voneinander je Wasserstoff oder einen Alkylrest mit 1 bis 4 C-Atomen,  
 $R_4$  einen niederen Alkyl- oder Cycloalkylrest und  
 $R_5$  Wasserstoff oder einen niederen Alkyl-, Halogenalkyl-, Alkoxy-, Alkylamino- oder Dialkylaminorest oder ein Halogenatom

bedeuten, oder durch den Gehalt an einem Additionssalz eines solchen Nitropyrimidin-Derivats mit anorganischen oder organischen Säuren.

2. Mittel nach Anspruch 1, gekennzeichnet durch den Gehalt an einem 5-Nitropyrimidin-Derivat der allgemeinen Formel (I), worin die in 4- und 6-Stellung stehenden substituierten Aminoreste voneinander verschieden sind, oder an einem Additionssalz davon als Wirkstoffkomponente.

3. Mittel nach Anspruch 1 oder 2, gekennzeichnet durch den Gehalt an einem Nitropyrimidin-Derivat der allgemeinen Formel (I), worin mindestens einer der Reste  $R_1$  und  $R_4$  ein verzweigter Alkylrest mit 3 bis 5 C-Atomen ist, als Wirkstoffkomponente.

4. Mittel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, gekennzeichnet durch den Gehalt an einem Nitropyrimidin-Derivat der allgemeinen Formel (I), worin das Radikal  $R_5$  einen der Reste CH<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>, OCH<sub>3</sub>, CF<sub>3</sub> oder CCl<sub>3</sub> darstellt, als Wirkstoffkomponente.

25 5. Mittel nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß es als Wirkstoff 2-Methyl-4-[pentyl-(3)-amino]-6-äthylamino-5-nitro-pyrimidin enthält.